

09/531/163

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application

JUN 21 2000

1999年 3月18日

出 願 番 号

Application Number:

平成11年特許願第074561号

出 願 人

Applicant (s):

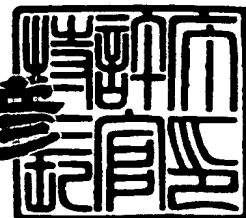
ジェイエスアール株式会社

RECEIVED  
JUN 22 2000  
TOKYO PATENT OFFICE

1999年12月10日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特平11-3086997

【書類名】 特許願

【整理番号】 P1504-7937

【提出日】 平成11年 3月18日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C01F 7/02  
C08F220/06  
C09K 3/14

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

【氏名】 飯尾 章

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

【氏名】 服部 雅幸

【特許出願人】

【識別番号】 000004178

【氏名又は名称】 ジェイエスアール株式会社

【代理人】

【識別番号】 100094190

【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 清路

【電話番号】 052-682-8361

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 019471

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

特平 1 1 - 0 7 4 5 6 1

【物件名】            要約書    1

【包括委任状番号】    9808090

【プルーフの要否】    要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 水系分散体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 重合体粒子、無機粒子及び水を含有し、該重合体粒子のゼータ電位と該無機粒子のゼータ電位とが逆符号であることを特徴とする水系分散体。

【請求項 2】 重合体粒子、無機粒子及び水を含有し、該重合体粒子と該無機粒子とが静電力により結合されて複合粒子を形成していることを特徴とする水系分散体。

【請求項 3】 上記重合体粒子が、カルボキシル基、その陰イオン、スルホン酸基及びその陰イオンのうちの少なくとも 1 種を有し、上記無機粒子がアルミナ及びチタニアのうちの少なくとも一方である請求項 1 又は 2 記載の水系分散体。

【請求項 4】 上記重合体粒子が、アミノ基及びその陽イオンのうちの少なくとも一方を有し、上記無機粒子がシリカ及びジルコニアのうちの少なくとも一方である請求項 1 又は 2 記載の水系分散体。

【請求項 5】 上記重合体粒子が更にアミド基、ヒドロキシル基及びポリエチレングリコール鎖を有する官能基のうちの少なくとも 1 種を有する請求項 1 乃至 4 のうちのいずれか 1 項に記載の水系分散体。

【請求項 6】 上記重合体粒子の表面に、複数の上記無機粒子が付着している請求項 1 乃至 5 のうちのいずれか 1 項に記載の水系分散体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、重合体粒子と無機粒子とを含有する水系分散体に関する。本発明の水系分散体では、重合体粒子と無機粒子とは凝集体、或いは複合粒子として含有されている。これらの凝集体及び複合粒子は、十分な強度及び硬度を有し、耐熱性に優れ、この水系分散体は、化粧品、電子材料、磁性材料、コーティング材、塗料、光学材料、触媒、光触媒、電子材料フィルム易滑剤、診断薬、医薬、導電

材料及びインク等の用途において用いることができ、更に、磁気ディスク用等の研磨剤などとして利用することもできる。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

従来より、標準粒子、診断薬用担体粒子、滑剤等の用途においては、ビニル単量体等を共重合して得られる粒径分布の狭い重合体粒子が、水系分散体等の形態で用いられている。しかし、この重合体粒子は強度及び耐熱性が必ずしも十分ではなく、標準粒子或いは滑剤等として用いる場合に、過大な剪断応力が加わったり、高温に晒されたりすると、粒子が変形若しくは崩壊することがあり、その用途が制限されている。これらの問題点に対応するため、架橋性ビニル単量体等を共重合させて高度に架橋させた共重合体からなる粒子も提案されている。しかし、このような架橋重合体からなる粒子は、無機系粒子と比較して硬度が低く耐熱性も不十分なため、広範な用途において使用し得る水系分散体とすることができない。

#### 【0003】

また、電子材料、磁性材料、光学材料、研磨材料等の用途においては、多数の金属化合物からなる粒子を含む水系分散体等が使用されており、用途の多様化のため種々の複合粒子が提案されている。そのような複合粒子としては、酸化鉄粒子をケイ素化合物によって被覆することにより、熱処理によって針状の磁性体を製造する際に、その形崩れ、磁性体間の焼結等が防止される複合粒子、粉末冶金のための強度の大きい材料として使用される鉄粉を銅によって被覆した複合粒子、及び酸化鉄粒子を酸化アンチモン及び酸化アルミニウムによって被覆し、その耐熱性を向上させた複合粒子等が挙げられる。しかし、これらの複合粒子はいずれも金属化合物からなるものであり、硬度が高すぎるため用途の多様化に必ずしも十分に対応することができるものではない。そのため、適度な硬度を有する複合粒子の開発が、特に、電子材料、磁性材料、光学材料、研磨材料等の分野において必要とされている。

#### 【0004】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記の従来の問題を解決するものであり、十分な強度及び硬度を有し、耐熱性に優れ、且つ適度に柔軟な、重合体粒子と無機粒子との凝集体、或いは複合粒子を含有する水系分散体を提供することを目的とする。この水系分散体は、電子材料、磁性材料、光学材料等、広範な用途において有用であり、磁気ディスク等の研磨において用いることもできる。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、特定の重合体粒子と無機粒子とを含有する水系分散体において、そのpHを調整し、重合体粒子と無機粒子とのゼータ電位が逆符号となる水系分散体とした場合に、これら粒子が静電的に凝集し、一体となり、上記の各種の用途において有用な水系分散体とすることができるとの知見に基づきなされたものである。

【0006】

第1発明の水系分散体は、重合体粒子、無機粒子及び水を含有し、該重合体粒子のゼータ電位と該無機粒子のゼータ電位とが逆符号であることを特徴とする。

【0007】

上記「重合体粒子」としては、(1)ポリスチレン及びスチレン系共重合体、(2)ポリメチルメタクリレート等の(メタ)アクリル樹脂及びアクリル系共重合体、(3)ポリ塩化ビニル、ポリアセタール、飽和ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリカーボネート、フェノキシ樹脂、並びに(4)ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ-1-ブテン、ポリ-4-メチル-1-ペンテン等のポリオレフィン及びオレフィン系共重合体などの熱可塑性樹脂からなる重合体粒子を使用することができる。

【0008】

更に、この重合体粒子としては、スチレン、メチルメタクリレート等と、ジビニルベンゼン、エチレングリコールジメタクリレート等とを共重合させて得られる、架橋構造を有する重合体からなるものを使用することもできる。この架橋の程度によって重合体粒子の硬度を調整することができる。また、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、アルキッド樹脂及び

不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂からなる重合体粒子を用いることもできる。

【0009】

尚、スチレンーメタクリル酸共重合体、スチレンー無水マレイン酸共重合体等の構成単位に親水性の官能基を有する共重合体は、水への分散性が良好であり、研磨剤等として用いられる水系分散体を容易に調製することができるため好ましい。更に、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン等を、例えば、酸素プラズマ等により表面処理し、親水性の官能基を生成させることによって水への分散性を向上させることができ、水系分散体を容易に調製することができる。

【0010】

これら重合体粒子の形状は球状であることが好ましい。この球状とは、鋭角部分を有さない略球形のものをも意味し、必ずしも真球に近いものである必要はない。球状の重合体粒子を用いることにより、特に、磁気ディスク等の研磨剤として用いた場合に、十分な速度で研磨することができ、また、研磨の際に被研磨面に傷が付くこともない。

【0011】

上記「無機粒子」としては、アルミナ、シリカ、チタニア、ジルコニア、セリア、酸化鉄及び酸化マンガン等の金属酸化物からなる無機粒子を使用することができる。

これら重合体粒子及び無機粒子は、それぞれ1種のみを使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0012】

第1発明において、重合体粒子の上記「ゼータ電位」は、全pH域、或いは低pH域を除く広範な領域に渡って負であることが多いが、特定の官能基を有する重合体粒子とすることによって、より確実に負のゼータ電位を有する重合体粒子とすることができる。

また、官能基の種類によっては、特定のpH域において正のゼータ電位を有する重合体粒子とすることもできる。

一方、無機粒子では比較的広範なpH域において正のゼータ電位であることが

多いが、比較的広い pH 域で負のゼータ電位を有するものも知られている。

【0013】

従って、特定の重合体粒子と無機粒子とを組み合わせ、これら粒子を含有する水系分散体の pH を調整することにより、第 1 発明の、重合体粒子と無機粒子のゼータ電位が「逆符号」となる水系分散体とすることができる。

このように、重合体粒子と無機粒子のゼータ電位が逆符号となった場合、第 2 発明のように、これら粒子が静電力により凝集して、一体となった複合粒子が形成される。

【0014】

第 3 発明の水系分散体は、特定の官能基によって、そのゼータ電位がほぼ全 pH 域において負となるように調整された重合体粒子と、アルミナ粒子及びチタニア粒子のうちの少なくとも一方の無機粒子とを含有する。

ゼータ電位が負に調整された重合体粒子としては、分子鎖に、カルボキシル基、その陰イオン、スルホン酸基及びその陰イオンのうちの少なくとも 1 種が導入された重合体粒子を使用することができる。

【0015】

この水系分散体は、無機粒子のゼータ電位が正となる pH 域、即ち、等電点より酸性側の領域に調整して使用される。この水系分散体の pH は等電点未満のより低い領域とすることが好ましく、このような低 pH 域であれば、無機粒子のゼータ電位が高くなり、重合体粒子と無機粒子とがより強固に凝集し、使用時、凝集体に相当に大きな剪断応力等が加わった場合にも、これら粒子が容易に分離することがない。無機粒子の等電点より塩基性側の領域で使用すると、無機粒子のゼータ電位が負となり、本発明の目的である重合体粒子と無機粒子との凝集が起こり難い。

【0016】

一方、特定の官能基によりゼータ電位が調整された重合体粒子は、pH の低下とともにゼータ電位が高くなる（負の側で絶対値が小さくなる）ため、あまりに pH が低い領域は好ましくなく、第 3 発明の水系分散体の pH は 2 以上、更には 3 以上であることがより好ましい。



以上のような観点から、第3発明の水系分散体のpH領域は、無機粒子としてアルミナ粒子を使用する場合は2～9が好ましく、更には3～8がより好ましく、特に3～7がとりわけ好ましい。また、無機粒子としてチタニアを使用する場合は2～6が好ましく、更には3～5がより好ましい。

## 【0017】

第4発明の水系分散体は、特定の官能基によって、そのゼータ電位が正となるように調整された重合体粒子と、シリカ粒子及びジルコニア粒子のうちの少なくとも一方の無機粒子とを含有する。

ゼータ電位が正となるように調整された重合体粒子としては、分子鎖に、アミノ基及びその陽イオンのうちの少なくとも一方が導入された重合体粒子を使用することができる。

## 【0018】

この水系分散体は、無機粒子のゼータ電位が負となるpH域、即ち、等電点より塩基性側の領域に調整して使用される。この水系分散体のpHは等電点を超えるより高い領域とすることが好ましく、このような高pH域であれば、無機粒子のゼータ電位が低くなり（負の側で絶対値が大きくなる）、重合体粒子と無機粒子とがより強固に凝集し、使用時、凝集体に相当に大きな剪断応力が加わった場合にも、これら粒子が容易に分離することがない。無機粒子の等電点より酸性側の領域で使用すると、無機粒子のゼータ電位が正となり、本発明の目的である重合体粒子と無機粒子との凝集が起こり難い。

## 【0019】

一方、特定の官能基によりゼータ電位が正になるよう調整された重合体粒子は、pHの増大とともにそのゼータ電位が低くなる（正の側で絶対値が小さくなる）ため、あまりにpHが高い領域は好ましくなく、第4発明の水系分散体のpHは8以下、更には7以下であることが好ましい。

以上のような観点から、第4発明の水系分散体のpH領域は、無機粒子としてシリカ粒子を使用する場合は3～10が好ましく、更には3～8がより好ましい。また、無機粒子としてジルコニア粒子を使用する場合は4～10が好ましく、更には5～8がより好ましい。

## 【0020】

第1乃至第4発明において、第5発明のように、上記重合体粒子に更にアミド基、ヒドロキシル基、ポリエチレングリコール鎖を有する官能基のうちの少なくとも1種を導入することにより、無機粒子との混合時に発泡する現象を防止することができるという利点がある。また、ゼータ電位に直接関係しない親水性官能基を導入することにより、無機粒子と混合した後、経時的に凝集が進行するという問題を防ぐこともできる。

## 【0021】

第1乃至第5発明において、重合体粒子及び無機粒子の平均粒子径の好ましい範囲はそれぞれ0.01~1.0  $\mu\text{m}$ であり、更に好ましくは0.01~0.5  $\mu\text{m}$ であり、特に好ましくは、0.01~0.3  $\mu\text{m}$ である。

また、これら粒子が凝集して生成する凝集体の平均粒子径の好ましい範囲は0.1~10  $\mu\text{m}$ であり、更に好ましくは0.1~5  $\mu\text{m}$ であり、特に好ましくは0.1~1  $\mu\text{m}$ であり、就中0.1~0.8  $\mu\text{m}$ が好ましい。この凝集体の平均粒子径が0.1  $\mu\text{m}$ 未満であると、電子材料、磁性材料、光学材料、研磨材料等、各種の用途において所要の特性が得られず、好ましくない。一方、凝集体の平均粒子径が10  $\mu\text{m}$ を超える場合は、凝集体が沈降し易く、安定な水系分散体とすることが容易ではない。これらの平均粒子径は、透過型電子顕微鏡によって観察することにより測定することができる。

## 【0022】

また、第1乃至第5発明の特定の構成を有する凝集体とするためには、無機粒子の平均粒子径が重合体粒子の平均粒子径より小さく、重合体粒子の平均粒子径 ( $S_p$ ) と無機粒子の平均粒子径 ( $S_i$ ) との比、 $S_p/S_i$  が1~40、特に1.5~20、更には2~10であることが好ましい。重合体粒子と無機粒子との平均粒子径の比がこの範囲であれば、第6発明のように、粒径の大きい重合体粒子の表面の広範囲に渡って粒径の小さい多数の無機粒子が付着した凝集体とすることができる。このような凝集体を含有する水系分散体であれば、使用時、中心部の重合体粒子が変形して扁平となり易く、凝集体に大きな剪断応力等が加わった場合にも、重合体粒子と無機粒子とが容易に分離することがない。

## 【 0 0 2 3 】

本発明の水系分散体は、重合体粒子と無機粒子とをイオン交換水等に配合することにより調製することができる。また、重合体粒子を含む水分散体と、無機粒子を含む水分散体とを混合することにより調製することもできる。これらの調製方法は簡便であって好ましい。更に、この水系分散体は、重合体粒子を含む水分散体を製造し、この水分散体に無機粒子を配合することにより調製することもできる。また、無機粒子を含む水分散体を製造し、この水分散体に重合体粒子を配合することにより調製することもできる。尚、この水系分散体では、その媒体としては、水、及び水とメタノール等、水を主成分とする混合媒体を使用することができるが、水のみを用いることが特に好ましい。

## 【 0 0 2 4 】

更に、上記のようにして調製した水系分散体に、超音波を照射したり、ホモジナイザ等により機械的に剪断応力を加えたりして、重合体粒子と無機粒子とを微細化させるとともに静電気的な再結合により複合粒子を再形成し、且つ均一に再分散させることができる。この方法で調製された複合粒子は非常に微細であり、且つ均一に分散されているため、この複合粒子を含有する水系分散体は、各用途においてとくに優れた性能を示すとともに、長期に渡って安定して保存することができる。

## 【 0 0 2 5 】

水系分散体の調製に用いられる重合体粒子を含む水分散体は、以下の方法によって製造することができる。

重合体粒子を含む水分散体の製造法としては、水性媒体を用いて所要の単量体を重合させ、或いは必要に応じて他の単量体と共重合させ、生成する重合体粒子とそれを含む水性媒体を、そのまま水分散体とする方法が最も簡便である。また、水性媒体或いは有機溶媒を用いて重合させ、乾燥及び粉碎等を行った後、得られる粉末を水性媒体に再分散させる方法によって水分散体とすることもできる。更に、有機溶媒を用いて重合させた場合であっても、粒子状の重合体が生成する場合は、蒸留等によってそのまま水性媒体に溶媒置換を行なうことで容易に水分散体を製造することができる。

## 【 0 0 2 6 】

また、水系分散体の調製に用いられる無機粒子を含む水分散体は、以下の方法によって製造することができる。

無機粒子を含む水分散体は、特願平 9 - 2 1 4 0 3 5 号、特願平 9 - 2 3 8 9 6 9 号の明細書に記載の方法等により製造することができる。例えば、混練機によって、蒸留水に無機粒子を攪拌、混練しつつ添加し、添加終了後、更に混練操作と分散操作とを続け、得られるスラリーをイオン交換水等で希釈し、次いで、必要であれば粗大粒子を除去する等の方法によって製造することができる。尚、無機粒子として市販のヒュームド法アルミナ粒子、ヒュームド法シリカ粒子等を使用することもでき、これらをイオン交換水、蒸留水等に配合することによって水分散体を調製することもできる。

## 【 0 0 2 7 】

本発明において、水系分散体に含有される重合体粒子及び無機粒子の所要量は用途によっても異なるが、一般に、水系分散体を 1 0 0 重量部（以下、「部」という。）とした場合に、それぞれ 0. 1 ~ 4 0 部とすることができ、特に 0. 2 ~ 3 0 部、更には 0. 3 ~ 2 0 部とすることが好ましい。更に、重合体粒子と無機粒子との合計量は、0. 2 ~ 4 0 部とすることができ、特に 0. 4 ~ 3 0 部、更には 1. 0 ~ 2 0 部とすることが好ましい。重合体粒子及び無機粒子の含有量、或いはそれらの合計量が下限値未満である場合は、各種の用途において所要の特性が得られず、好ましくない。一方、上限値を超える場合は、各粒子が過度に凝集するため流動性が低下し、安定な水系分散体とすることが容易ではない。

## 【 0 0 2 8 】

また、重合体粒子と無機粒子との重量比は特に限定されないが、重合体粒子の含有量 ( $W_p$ ) と無機粒子の含有量 ( $W_i$ ) との比、 $W_p/W_i$  が 0. 0 1 ~ 4、特に 0. 0 2 ~ 2、更には 0. 0 5 ~ 1 であることが好ましい。

## 【 0 0 2 9 】

本発明の水系分散体には、必要に応じて各種の添加剤を配合することができる。例えば、アルカリ金属の水酸化物或いはアンモニア、無機酸若しくは有機酸を配合し、pH を調整することによって水系分散体の分散性及び安定性を向上させ

ることができる。アルカリ金属の水酸化物としては、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウム等を使用することができる。更に、無機酸としては硝酸、硫酸及びリン酸等を、有機酸としてはギ酸、酢酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸及び安息香酸等を用いることができる。また、このpHの調整は、水酸化ルビジウム、水酸化セシウム等の水酸化物を用いて行うこともできる。

## 【0030】

更に、水系分散体に含有される粒子、特に重合体粒子を均一に分散させるために界面活性剤を配合することもできる。界面活性剤の含有量は、通常、水系分散体を100部とした場合に、0.1部以下、特に0.01部以下とすることが好ましい。この界面活性剤の種類は特に限定はされず、カチオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、非イオン系界面活性剤等、いずれも使用することができる。

## 【0031】

## 【発明の実施の形態】

以下、実施例によって本発明を詳しく説明する。

## (1) 重合体粒子の合成

## 合成例1 [重合体粒子(a)の合成]

スチレン92部、メタクリル酸4部、ヒドロキシエチルアクリレート4部、ラウリル硫酸アンモニウム0.1部、過硫酸アンモニウム0.5部、及びイオン交換水400部を、容量2リットルのフラスコに投入し、窒素ガス雰囲気下、攪拌しながら70℃に昇温し、6時間重合させた。これによりカルボキシル基及びヒドロキシル基を有し、平均粒子径0.24 $\mu$ mのカルボキシ変性ポリスチレン粒子[重合体粒子(a)]を含む水分散体を得た。尚、重合収率は95%であり、電導度滴定法により測定したカルボキシル基の分布は、粒子内部が40%、粒子表面が50%、水相部が10%であった。

## 【0032】

## 合成例2 [重合体粒子(b)の合成]

メチルメタクリレート94.5部、メタクリル酸4部、ジビニルベンゼン(純度;55%)1部、メタクリルアミド0.5部、ラウリル硫酸アンモニウム0.

0.3部、過硫酸アンモニウム0.6部、及びイオン交換水400部を、容量2リットルのフラスコに投入し、窒素ガス雰囲気下、攪拌しながら70℃に昇温し、6時間重合させた。これによりカルボキシル基及びアミド基を有し、平均粒子径0.17  $\mu\text{m}$ の架橋ポリメチルメタクリレート系粒子〔重合体粒子(b)〕を得た。尚、重合収率は95%であり、電導度滴定法により測定したカルボキシル基の分布は、粒子内部が15%、粒子表面が70%、水相部が15%であった。

## 【0033】

## 合成例3〔重合体粒子(c)の合成〕

メチルメタクリレート94部、メタクリル酸4部、ヒドロキシメチルメタクリレート2部、ラウリル硫酸アンモニウム0.03部、過硫酸アンモニウム0.6部、及びイオン交換水400部を、容量2リットルのフラスコに投入し、窒素ガス雰囲気下、攪拌しながら70℃に昇温し、6時間重合させた。これによりカルボキシル基及びヒドロキシル基を有し、平均粒子径0.17  $\mu\text{m}$ のポリメチルメタクリレート系粒子〔重合体粒子(c)〕を得た。尚、重合収率は95%であり、電導度滴定法により測定したカルボキシル基の分布は、粒子内部が15%、粒子表面が70%、水相部が15%であった。

## 【0034】

## 合成例4〔重合体粒子(d)の合成〕

メチルメタクリレート90部、メトキシポリエチレングリコールメタクリレート(新中村化学工業株式会社製、商品名「NKエステルM-90G」、#400)5部、4-ビニルピリジン5部、アゾ系重合開始剤(和光純薬株式会社製、商品名「V50」)2部、及びイオン交換水400部を、容量2リットルのフラスコに投入し、窒素ガス雰囲気下、攪拌しながら70℃に昇温し、6時間重合させた。これによりアミノ基の陽イオン及びポリエチレングリコール鎖を有する官能基を有し、平均粒子径0.19  $\mu\text{m}$ のポリメチルメタクリレート系粒子〔重合体粒子(d)〕を得た。尚、重合収率は95%であった。

## 【0035】

このようにして得られた重合体粒子(a)～(d)を0.1規定の塩化カリウム水溶液100部に0.1部配合して分散させ、この水分散体のpHを塩酸又は

水酸化カリウムによって 2. 1、5. 5 及び 1 2 に調整し、それぞれの pH におけるゼータ電位をレーザードップラー法ゼータ電位測定器（BROOKHAVEN INSTRUMENTS 社製、商品名「ゼータプラス」）により測定した。また、以下の実施例において使用する無機粒子を 0. 1 規定塩化カリウム水溶液 1 0 0 部に 0. 1 部配合して分散させ、同様にしてそれぞれのゼータ電位を測定した。結果を表 1 に記載し、併せて図 1 に示す。

【 0 0 3 6 】

【表 1】

表 1

	重合体粒子				無機粒子		
	(a)	(b)	(c)	(d)	アルミナ	チタニア	シリカ
2. 1	-11. 1	-23. 7	-21. 9	12. 5	35	21	2
5. 5	-31. 5	-24. 6	-34. 0	10. 6	34	4	-30
12	-40. 7	-35. 9	-34. 4	-10. 8	-25	-40	-55
pH							

## 【0037】

## (2) 水系分散体の調製

## 実施例 1 [重合体粒子 (a) とアルミナ粒子とを含有する水系分散体の調製]

イオン交換水に、重合体粒子 (a)、ヒュームド法アルミナ粒子 (デグサ社製、商品名「Aluminium Oxide C」)、過酸化水素、及び乳酸アンモニウムを、それぞれ 0.5 重量% (以下、「%」という。)、5%、4% 及び 1% の濃度になるように配合し、水酸化カリウムによって pH を 6 に調整して水系分散体を得た。図 1 の pH とゼータ電位との相関を表わすグラフから読み取った pH 6 における重合体粒子 (a) のゼータ電位は約  $-32 \text{ mV}$ 、アルミナ粒子のゼータ電位は約  $+30 \text{ mV}$  である。また、透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、重合体粒子 (a) とアルミナ粒子とは平均粒子径  $1 \sim 5 \mu\text{m}$  の大きさの凝集体となっていた。

## 【0038】

## 実施例 2 [重合体粒子 (b) とアルミナ粒子とを含有する水系分散体の調製]

イオン交換水に、重合体粒子 (b) 及びヒュームド法アルミナ粒子 (デグサ社製、商品名「Aluminium Oxide C」) を、それぞれ 0.7% 及び 5% の濃度になるように配合し、硝酸によって pH を 4 に調整して水系分散体を得た。図 1 の pH とゼータ電位との相関を表わすグラフから読み取った pH 4 における重合体粒子 (b) のゼータ電位は約  $-24 \text{ mV}$ 、アルミナ粒子のゼータ電位は約  $+35 \text{ mV}$  である。また、透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、重合体粒子 (b) とアルミナ粒子とは平均粒子径  $2 \sim 10 \mu\text{m}$  の大きさの凝集体となっていた。

## 【0039】

## 実施例 3 [重合体粒子 (c) とチタニア粒子とを含有する水系分散体の調製]

イオン交換水に、重合体粒子 (c)、ヒュームド法チタニア粒子 (日本アエロジル社製、品番「P25」)、硝酸鉄、及びマロン酸を、それぞれ 0.3%、3%、0.1% 及び 1% の濃度になるように配合し、硝酸によって pH を 2 に調整して水系分散体を得た。図 1 の pH とゼータ電位との相関を表わすグラフから読み取った pH 2 における重合体粒子 (c) のゼータ電位は約  $-22 \text{ mV}$ 、チタニ



ア粒子のゼータ電位は約+21 mVである。また、透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、重合体粒子(c)とチタニア粒子とは平均粒子径0.5~3  $\mu$ mの大きさの凝集体となっていた。

## 【0040】

## 実施例4 [重合体粒子(d)とシリカ粒子とを含有する水系分散体の調製]

イオン交換水に、重合体粒子(d)、ヒュームド法シリカ粒子(日本アエロジル株式会社製、品番「#90」)、過酸化水素、及び乳酸アンモニウムを、それぞれ0.5%、5%、4%及び1%の濃度になるように配合し、水酸化カリウムによってpHを7.2に調整して水系分散体を得た。図1のpHとゼータ電位との相関を表わすグラフから読み取ったpH7.2における重合体粒子(d)のゼータ電位は約+6 mV、シリカのゼータ電位は約-36 mVである。また、透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、重合体粒子(d)とシリカ粒子とは平均粒子径1~10  $\mu$ mの大きさの凝集体となっていた。

## 【0041】

## 実施例5 [水系分散体に剪断応力を加えた調製例]

実施例1において得られた水系分散体を超音波処理によって更に分散させたところ、安定な水系分散体を得られた。透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、平均粒子径1~5  $\mu$ mの凝集体であったものが平均粒子径0.5  $\mu$ mに微細化されており、重合体粒子(a)に多数のアルミナ粒子が均一に付着しているのが確認された。

## 【0042】

## 実施例6 [水系分散体に剪断応力を加えた調製例]

実施例4において得られた水系分散体を高圧ホモジナイザ(ジーナス社製、型式「PR01-30」)によって700 kg/cm<sup>2</sup>の圧力で更に分散させたところ、安定な水系分散体を得られた。透過型電子顕微鏡により観察し、撮影した写真によれば、平均粒子径1~10  $\mu$ mの凝集体であったものが平均粒子径0.6  $\mu$ mに微細化されており、重合体粒子(d)に多数のシリカ粒子が均一に付着しているのが確認された。

## 【0043】

比較例 1（重合体粒子を含まない水系分散体の調製）

実施例 1 において、重合体粒子（a）を配合しなかった他は同様にして水系分散体を調製した。

【0 0 4 4】

（3）磁気ディスクの研磨試験

実施例 1、2 及び比較例 1 で得られた水系分散体に含有される凝集体或いは複合粒子の濃度が 5 % となるように水によって希釈し、この希釈液に、研磨促進剤として硝酸アルミニウムを 1 % 濃度となるように添加し、研磨剤を得た。また、比較のため、コロイダルシリカ（日産化学株式会社製、商品名「スノーテックス 2 0」）、ヒュームドシリカ（日本アエロジル株式会社製、商品名「アエロジル # 9 0」）をそれぞれ 5 % 含む他は同一組成の研磨剤を調製した。

【0 0 4 5】

上記の研磨剤を用い、以下の条件で磁気ディスク基板を研磨し、研磨速度及び研磨傷の有無を評価した。

<研磨条件>

基板：Ni－P 無電解めっきを施した 3. 5 インチのアルミディスク（1 段研磨済み）

研磨装置：ラップマスター SFT 社製、型式「LM－1 5 C」

研磨パッド：Rodel（米国）社製、商品名「ポリテックス DG」

加工圧力：7 0 g / c m<sup>2</sup>

定盤回転数：5 0 r p m

研磨剤供給量：1 5 ミリリットル／分

研磨時間：1 0 分

【0 0 4 6】

<評価方法>

研磨速度：研磨によるディスクの重量減から下記の式によって研磨速度を求めた。

$$\text{研磨速度 (Å/分)} = [(W/d) / S] \times 10^8$$

W；1 分間当たりの研磨による重量減、d；Ni－P 無電解めっきの密度、S

；被研磨面積

研磨傷：研磨したディスクを洗浄し、乾燥した後、暗室内でスポットライトを当て、目視で研磨傷の有無を観察した。

【0 0 4 7】

この研磨試験の結果によれば、実施例 1 及び 2 の水系分散体を使用し、磁気ディスクを研磨した場合、研磨速度はそれぞれ 4 8 0 0 Å／分及び 6 9 0 0 Å／分と大きく、研磨傷も発生しなかった。一方、比較例 1 及びコロイダルシリカ又はヒュームドシリカを用いた場合は、研磨速度が 8 0 0 ～ 1 9 0 0 Å／分と小さく、多数の研磨傷が観察された。

【0 0 4 8】

【発明の効果】

第 1 乃至第 6 発明の水系分散体は、電子材料、磁性材料、光学材料等、広範な用途において有用であり、また、磁気ディスクの研磨等、研磨剤として用いることもできる。

【図面の簡単な説明】

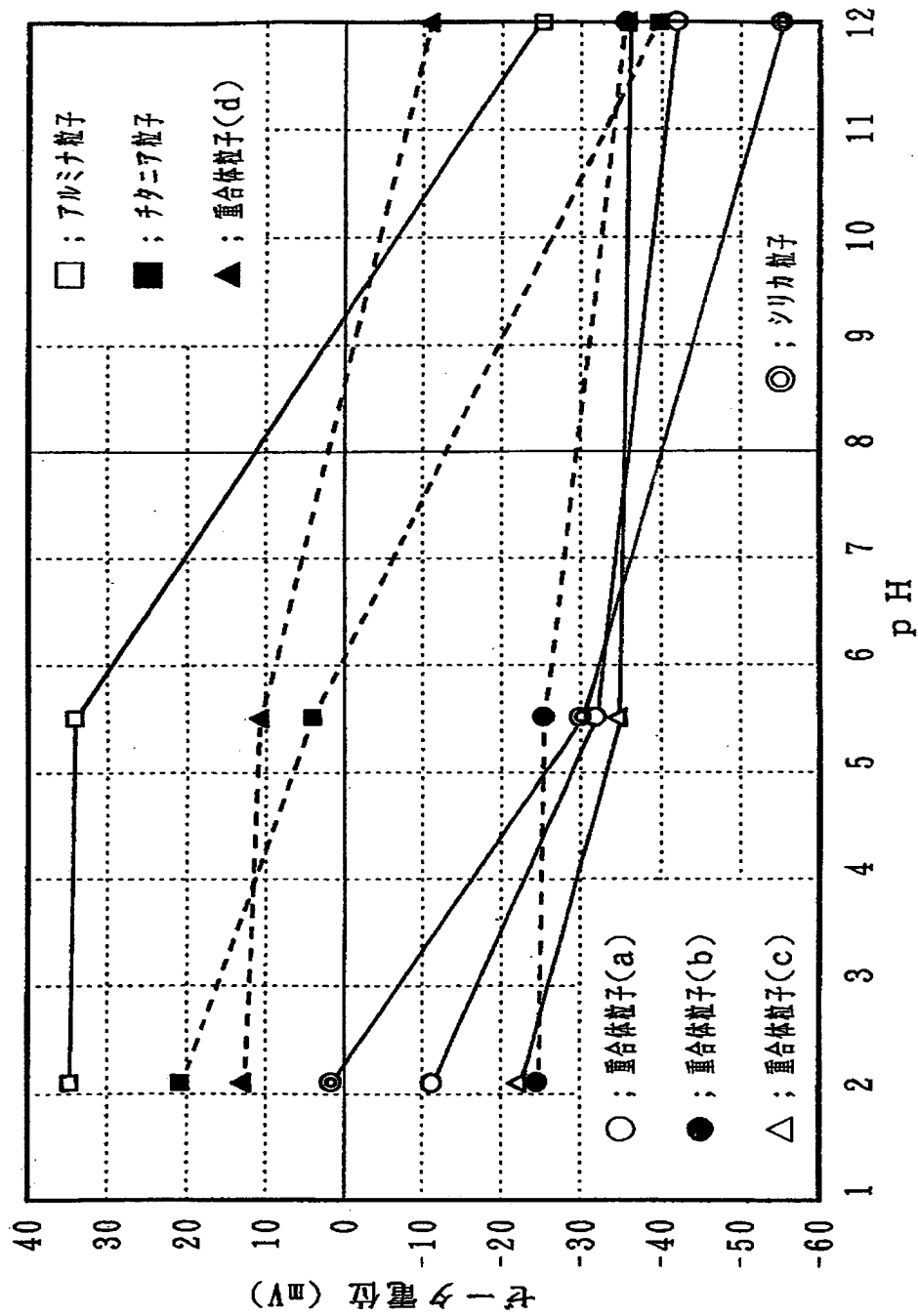
【図 1】

重合体粒子又は無機粒子を配合し、分散させた水分散体における p H とゼータ電位との相関を表わすグラフである。

【書類名】

図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 電子材料、磁性材料、光学材料、研磨材料等、広範な用途において所要の特性を得ることができる水系分散体を提供する。

【解決手段】 各種の熱可塑性樹脂等からなる重合体粒子、或いはこれらの樹脂に特定の官能基を導入することにより、そのゼータ電位が調整された重合体粒子と、アルミナ、シリカ等からなる無機粒子とを含有し、重合体粒子と無機粒子のゼータ電位が逆符号であって、これらが凝集体となり、複合粒子を形成している水系分散体を得る。また、この凝集体に、超音波を照射したり、ホモジナイザにより剪断応力を加えたりして、静電力により結合され、より均一に分散された複合粒子とすることができ、この複合粒子を含有する水系分散体とすることもできる。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004178]

1. 変更年月日	1997年12月10日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都中央区築地2丁目11番24号
氏 名	ジェイエスアール株式会社